

⑨ 日本国特許庁 (JP)

⑩ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報 (A)

昭58-157853

⑪ Int. Cl.³

識別記号

庁内整理番号

⑬ 公開 昭和58年(1983)9月20日

C 08 L 67/02

6911-4J

C 08 G 63/16

6537-4J

63/22

6537-4J

63/36

6537-4J

発明の数 1

審査請求 未請求

(全 9 頁)

⑭ 赤外線昇温時間が短縮された、透明度の高い、曇り度の低いポリエステル

アメリカ合衆国44319オハイオ州アクロン・ターキーフット・ロード3808

⑮ 特 願 昭58-27112

⑯ 出 願 人 ザ・グッドイヤー・タイヤ・アンド・ラバー・コンパニー

⑰ 出 願 昭58(1983)2月22日

優先権主張 ⑱ 1982年2月24日 ⑲ 米国(US)

アメリカ合衆国44316-0001オ

⑳ 351841

ハイオ州アクロン・イースト・

㉑ 発 明 者 ブライアン・ウィリアム・ペン
ギリー

マーケット・ストリート1144

㉒ 代 理 人 弁理士 若林忠

明 細 書

1. 発明の名称

赤外線昇温時間が短縮された、透明度の高い、曇り度の低いポリエステル

2. 特許請求の範囲

(1) 透明度の高い、曇り度の低いポリエステルにおいて、該ポリエステルが少量の赤外線吸収物質を含有し、該物質の量が、該ポリエステルの透明度が高く曇り度が低いものであるに十分な程度に少ないポリエステル。

(2) 該ポリエステルが3.0より小さいハンター曇り度(Hunter haze value)を有し、該物質がカーボン・ブラックである特許請求の範囲第1項記載の透明度の高い、曇り度の低いポリエステル。

(3) 該カーボン・ブラックの量が、該ポリエステル1,000,000重量部当り10重量部より少ない特許請求の範囲第2項記載の透明度の高い、曇り度の低いポリエステル。

(4) 該カーボン・ブラックの量が、約0.1～約80

重量部である特許請求の範囲第3項記載の透明度の高い曇り度の低いポリエステル。

(5) 該カーボン・ブラックが、約10～約500 nmの平均粒径を有する特許請求の範囲第4項記載の透明度の高い、曇り度の低いポリエステル。

(6) 該ポリエステルが約-1～約1のハンター"a"座標値、約-2～約2.0のハンター"b"座標値を有し、該平均粒径が約10～約100 nmである特許請求の範囲第5項記載の透明度の高い、曇り度の低いポリエステル。

(7) 該ポリエステルが、炭素数2～40のジカルボン酸又はそのエステルを炭素数2～20のジオールと反応させて作られたものである特許請求の範囲第6項記載の透明度の高い、曇り度の低いポリエステル。

(8) カーボン・ブラックの量が、約1.5～約3.5重量部であり、該カーボン・ブラックの平均粒径が約15～約90 nmであり、該ハンター"a"座標値が約-0.5～1.0であり、

該ハンダー"b"の透明度が約0.5～約2.0である、特許請求の範囲第7項記載の透明度の高い、曇り度の低いポリエステル。

09) 該ポリエステルがポリエチレンテレフタレートである特許請求の範囲第8項記載の透明度の高い、曇り度の低いポリエステル。

00) 該ポリエステルが予備成形品の形をしている特許請求の範囲第9項記載の透明度の高い、曇り度の低いポリエステル。

01) 該ポリエステルの赤外線昇温時間が改良されている特許請求の範囲第1, 3, 5, 7, 8, 9, 10項の何れかに記載の透明度の高い、曇り度の低いポリエステル。

02) 該ポリエステルが透明度の高い物品の形をしている特許請求の範囲第1, 3, 5, 7, 8, 9項の何れかに記載の透明度の高い、曇り度の低いポリエステル。

03) 透明度の高い該物品が飲料用びんである特許請求の範囲第12項記載の透明度の高い、曇り度の低いポリエステル。

の該元素コバルトの量が該ポリエステル

1,000,000重量部当り約5～約30重量部であり、該化合物中の該元素の量が該ポリエステル1,000,000重量部当り約10～約50重量部であり、かつ該元素コバルトに対する該元素の重量比が約0.4～約1.3である特許請求の範囲第15項記載の、透明度の高い、曇り度の低いポリエステル。

00) 該ポリエステルはジカルボン酸と多価アルコール化合物から作られ、その場合該ジカルボン酸は、炭素数2～40のアルキルジカルボン酸、炭素数8～16のアリール又はアルキル置換アリールジカルボン酸、それらの組合せよりなる群から選ばれ、該多価アルコールは、炭素数2～20のグリコール、炭素数4～12のグリコールエーテル、それらの組合せよりなる群から選ばれるものである特許請求の範囲第16項記載の透明度の高い、曇り度の低いポリエステル。

08) 該コバルト化合物が酢酸コバルトであり、該化合物が有機酸であり、該アンチモン化合物が

特開58-157853(2)

00) 該ポリエステルが、アンチモン化合物の形で該ポリエステル1,000,000重量部当り約70～約350重量部の元素アンチモン、少量の有機化合物、並びに元素金属を含有する青味剤を含有し、該化合物中の元素の量は該青味剤中の元素金属の1重量部に対し約0.35～約2.5重量部であり、該化合物中の該元素の量は該ポリエステル1,000,000重量部当り約5～約60重量部である特許請求の範囲第1, 4, 6, 9項の何れかに記載の透明度の高い、曇り度の低いポリエステル。

03) 該青味剤がコバルト化合物であり、該化合物中の該元素コバルトの量が該ポリエステル1,000,000重量部当り、約5～約50重量部であり、該化合物がホスフェートである特許請求の範囲第14項記載の透明度の高い、曇り度の低いポリエステル。

06) 該アンチモン化合物中の該元素アンチモンの量が該ポリエステル1,000,000重量部当り約70～約250重量部であり、該コバルト化合物中

アンチモングリコレートであり、該カルボン酸がテレフタル酸であり、該グリコールがエチレングリコールであり、該元素アンチモンの量が約120～約210 ppmであり、該元素コバルトの量が約8～約20 ppmであり、かつ該元素の量が約8～約20 ppmである特許請求の範囲第17項記載の透明度の高い、曇り度の低いポリエステル。

00) 該ポリエステルが透明度の高い物品の形をしている特許請求の範囲第14項に記載の、透明度の高い、曇り度の低いポリエステル。

04) 該ポリエステルが透明度の高い物品の形をしている、特許請求の範囲第16項記載の透明度の高い、曇り度の低いポリエステル。

02) 該ポリエステルが透明度の高い物品の形をしている、特許請求の範囲第18項記載の、透明度の高い、曇り度の低いポリエステル。

07) 透明度の高い該容器が飲料用びんの形をしている、特許請求の範囲第19項記載の、透明度の高い、曇り度の低いポリエステル。

23 透明度の高い該容器が飲料用びんの形をしている、特許請求の範囲第20項記載の、透明度の高い、曇り度の低いポリエステル。

24 透明度の高い該容器が飲料用びんの形をしている、特許請求の範囲第21項記載の、透明度の高い、曇り度の低いポリエステル。

3. 発明の詳細な説明

本発明は、カーボン・ブラックを含有させることにより、赤外線による昇温速度を改善したポリエステルに関する。

従来、ポリエステルの製造に於いては種々の化合物や触媒が用いられてきた。米国特許出願第245,838号に記載され、現在販売されている特定のポリエステルの場合、高透明度、中性の色相、低い曇り度は得られたが、ポリエステルびんの吹込成形に用いるパリソンを通常加熱の際の、光照射炉における通常の滞在時間内には通常の成形速度が得られなかった。すなわち、このポリエステルは透明度は高いが、炉が発する赤外線を充分に吸収しなかった。従つて、本発明は、光を充分量

る。更に、粒子の種類は、本出願人の使用するものとは全く異なっている。

以下に示す特許や文献は各種化合物や触媒を含有する各種ポリエステルに関するものであるが、これらは、本出願人の用いる化合物を使用すると、透明度の高い、中性の色相の、曇り度の低いポリエステルならびにそれを用いた物品を作ることができることを教示又は示唆していない。これらは、透明度の高い、曇り度の低いポリエステルの昇温時間を改善するための特定物質又はその使用に関するものではない。

千村等の米国特許第3,795,639号は、ゲルマニウム化合物、アンチモン触媒及び磷酸エステルを用いる粒状ポリエステルの製造方法に関する。

千村等の米国特許第3,732,182号は、ポリエステル製造に用いる特定タイプのアンチモン化合物に関する。

マツクレフンドの米国特許第3,965,071号は、磷酸又はそのエステルとの反応を通して触媒の不活性化が起ることを特徴とするポリエステルに関

特開昭58-157853(3)

係し、それにより加熱速度を改善し、それによって上記ポリエステルの高透明度、中性の色相、低い曇り度を保つ添加剤の使用に関する。

マクファーレン等の米国特許第4,250,078号は、酸化鉄を含む熱可塑性ポリエステル成形用組成物に関し、この組成物は昇温時間が短かく飲料用びんの吹込成形に有用である。更に、この特許は成る種のアントラキノン染料の利用についても開示している。この特許は、透明度の高い、色相が中性の、あるいは曇り度の低い樹脂、又はその樹脂から作られ再加熱時間の良好な物品に関するものでないと言う点で、本発明に関連しておらず、またカーボン・ブラックの使用を示唆していない。

佐野等の米国特許第3,961,905号は、アンチモン含有粒子の使用に関する。このポリエステル組成物は優れた透明度と滑性を有すると述べている。この特許は、ポリエステルが低い曇り度を有するとは述べていないので、本発明に関連していない。更に、この特許は昇温時間の改善とも関係がなく、非常に多量のアンチモン粒子を用いてい

する。

千村等の米国特許第3,842,043号は、ゲルマニウムなどの各種触媒を各種可溶化剤と共に用いる白色透明なポリエステルに関する。

ヒューワートソンの米国特許第4,082,724号は、多量の錆及び着色劣化を防止するためのアンチモンを用いたポリエステルの製造に関する。

ユニチカ(Unitika)社の1974年4月1日付の文献Plasdone 31808 p/17 Dowent Publications は、特殊タイプの錆含有化合物を用いたポリエステルに関する。

ルソン等の米国特許第3,962,189号、第4,010,115号及びテルンヤンシー等の米国特許第3,907,754号は、チタン、ホスフェート、マンガン、コバルト等の触媒を用いる、ポリエステル製造のための触媒防止剤系に関する。

ホフリヒターの米国特許第2,641,592号は、触媒として磷酸コバルト及びアンチモンを用いる、ポリエステルの製造に関する。

エンゲル等の米国特許第3,028,366号は、ジ

メチルテレフタレートから無色又は白色ポリエステルを製造するための、アンチモン触媒とホスフェート改質剤との併用に関する。

ケミカルアブストラクト 93巻、1980、No 93:26877mの「3価のアンチモン化合物を触媒とするビス(2-ヒドロキシエチル)テレフタレートの重合に与える触媒の影響」は、触媒を用いる高分子量のポリエチレンテレフタレートの製造に関する。

上述のように、これらのいずれも、特許タイプの物質を用いてポリエステルの昇温速度を改善し、それでいて例外的に高い透明度、低い曇り度を維持する技術方法に関するものではない。

従つて本発明の目的は、高い透明度、中性の色相、低い曇り度を有し、赤外線吸収物質を極く少量含有し、赤外線吸収性が改良されたポリエステルを提供することにある。

本発明の別の目的は、赤外線吸収性が改良されそれでいて透明度が高く、色相が中性で、曇り度の低い上記ポリエステルにおいて、少量のカーボ

本発明の他の目的は、赤外線吸収性が改良されそれでいて透明度が高く、色相が中性で、曇り度が低い上記ポリエステルにおいて、香料剤、アンチモン触媒、酸化化合物を含有することを特徴とするポリエステルを提供することにある。

本発明の他の目的は、赤外線吸収性が改良されそれでいて透明度が高く、色相が中性で、曇り度が低い上記ポリエステルにおいて、該香料剤がポリマー1,000,000重量部当り約5~約50重量部の元素コバルト量を有するコバルト化合物であり、元素炭の量が該ポリマー1,000,000重量部当り約5~約60重量部であり、元素アンチモンの量が該ポリマー1,000,000重量部当り約70~約350重量部であることを特徴とするポリエステルを提供することにある。

本発明の上記及び他の目的は、以下に詳細に説明される。

一般に、透明度が高く、曇り度の低いポリエステルには、少量の赤外線吸収物質を含有し、該物質の量が充分少ないので高透明度と低い曇り度を

アブストラクト

特開昭58-157853(4)

ン含有し、光照射炉における昇温速度が改善されていることを特徴とするポリエステルの提供することにある。

本発明の他の目的は、赤外線吸収性が改良され、それでいて透明度が高く、色相が中性で、曇り度が低い上記ポリエステルにおいて、該組成物が成形作業、例えば飲料びんの吹込成形において有用であるポリエステルを提供することにある。

本発明の他の目的は、赤外線吸収性が改良され、それでいて透明度が高く、色相が中性で、曇り度が低い上記ポリエステルにおいて、具体的には該ポリエステルがポリエチレン・テレフタレートであるポリエステルを提供することにある。

本発明の他の目的は、赤外線吸収性が改良されそれでいて透明度が高く、色相が中性で、曇り度が低い上記ポリエステルにおいて、該カーボン・ブラックが約10~約500nmの平均粒径を有し、ポリエステル1,000,000重量部当り10重量部より少ない量で用いられることを特徴とするポリエステルを提供することにある。

有するポリエステルが包含される。

高透明度のポリエステルは、発光光線、例えば赤外線を照射する加熱工程を経る時には常時その加熱時間が過度又は望ましくない程に長くなる程度の高い透明度を有するように製造することができ。例えば、パリソンは普通コンベアー上に置かれ、赤外線照射炉中を移動するが、その場合パリソンがこの炉を出て次の工程、例えば吹込成形によりびんを作る工程に移る時点で所定温度に加熱されるような速度で移動する。希望する最終用途の如何にかかわらず、本発明は、好ましくはカーボンブラックなどの各種特定添加剤を用いて昇温時間を改善し、それでいて高透明度と低い曇り度を保つたポリエステルに関する。

一般に、ポリエステル製品の透明度及び曇り度は肉眼で測定される。しかし、ポリエステル製品又はポリエステル樹脂の曇り度は、ハンター曇り度試験により定量的に表示することができる。低い曇り度を持つポリエステルは、一般にハンター曇り度が3.0より小さく、望ましくは2.5より小

さく、好ましくは2.0より小さく表示される。色相に関しては、ハンター試験装置も用いられる。本発明のポリエステルについての中性の色相は、一般に、約-1.0~約1.0、好ましくは約-0.5~約1.0の範囲の"a"座標値(Coordinate value)と、約-2.0~約2.0、好ましくは約-0.5~約2.0の範囲の"b"座標値により表示される。従つて、本発明のポリエステル製膜又はフィルムは、色相が中性又は無色である。

用い得るポリエステルのタイプに関しては、再加熱時又は昇温時間を改善しようとする、高透明度、中性の色相のポリエステル、コポリエステルなどを樹脂、粉末、シートなどの形で用いることができる。従つて、本発明においては、当業者に公知のジメチルテレフタレート、又はテレフタル酸を原料とする又はそれらの各種同族体、並びに従米量の従米の触媒を用いて従来方法に従つて製造したポリエステルを使用することができる。更に、ポリエステルのタイプは、溶液重合、固相重合などによつたものであつてもよい。更に、本

メタの場合でも、表示平均粒径より大きい或いは小さい粒子が存在する。用い得る代表的平均粒径は、約10~約500 nm、望ましくは約10~約100 nmであり、好ましくは約15~約30 nmである。カーボン・ブラックの具体的な種類としては、チヤンネル・ブラック及びフアーネス・ブラックがある。

カーボン・ブラックの添加は、ポリエステル製造の如何なる段階でも行なうことができる。即ち、エステル化又はエステル交換段階でも、或いは初期の縮合段階でも行なうことができる。望ましくは、カーボン・ブラックはエステル化又はエステル交換段階で添加する。粉末樹脂製造の場合には、カーボン・ブラックを配合段階で更に加えることが可能である。

前述したように、ポリエステルは、炭素数2~40のジカルボン酸を炭素数2~約20のグリコール又はジオールなどの多価アルコールと反応させるような従来法で、製造される。ジカルボン酸は、炭素数2~20のアルキル、又は炭素数8~

特開昭58-157853(5)

発明は、高透明度、曇り度の低い粉末塗料の製造に用いることができる。好ましいタイプの高透明度のポリエステル樹脂の一例を以下に述べるが、ポリエステル樹脂は、特定量のアンチモン触媒、少量の燐、及びコバルト化合物のような胥味剤を用いて、製造される。

特定タイプの物質を用いて、光照射がなどにおけるポリエステル樹脂の昇温速度を改善できることが、思いがけず見い出された。その好ましい物質はカーボン・ブラックである。ポリエステル製品を着色させることなくカーボン・ブラックが吸収剤として働くとは全くの予想外であつた。即ち、カーボン・ブラック入りポリエステル製品は依然として中性の色相を有している。用いるカーボン・ブラックの量は、ポリエステル樹脂1,000,000重量部に対し、10重量部以下であり、一般には約0.1~約8.0重量部、望ましくは約1.0~約5.5重量部、好ましくは約1.5~約3.5重量部である。カーボン・ブラックの粒子径は、メーカーの表示する平均粒径で与えられる。当然、如何なる製造バ

16のアリール又はアルキル置換アリールであり得る。炭素数4~20のアルキルジエシテル、又は炭素数10~20のアルキル置換アリールジエシテルも用い得る。望ましくは、ジオールは炭素数が2~8であり、好ましくはエチレングリコールである。更に、炭素数4~12のグリコールエシテルも用い得る。一般に、普通製造されるポリエステルのはんどは、ジメチルテレフタレート又はテレフタル酸とエチレングリコールとから作られる。樹脂塗料を作る時は、よくネオペンチルグリコールが多量に用いられる。

米国特許出願第245,838号に述べられているように、好ましい高透明度ポリエステルは、アンチモン触媒、燐化合物、胥味剤を用いて製造される。かゝる高透明度樹脂に用いるアンチモン触媒は、一般に、当業界に公知の三価の有機アンチモン化合物なら何でもよい。具体的なアンチモン化合物の例としては、アンチモントリアセート、三酸化アンチモン、アンチモングリコレート(単独又は重合中に製造される)などがあり、アンチ

モングリコレートが好ましい。アンチモン化合物は、結合段階又は重合段階で添加するのが望ましい。

高透明度ポリエステルは、また、アンチモン触媒の重量又は量に比較して少量の燐化合物（例えばホスフエート）及び香味剤を用いて製造される。本発明で使う「ホスフエート」なる言葉は、当業界で公知の各種ホスフエート化合物ならびに燐酸を含んでいる。香味剤は、普通既に述べた通り、初めに青いか好ましくは青くないかも知れないコバルト化合物である。本発明のポリエステルは、各種物品、例えばフィルム、シート、容器、繊維などを作るために、製造することができる。ポリエステルのこれら用途の成る場合、即ちポリエステルの、例えば炭酸飲料用容器として用いる場合は、アセトアルデヒド含量を低く抑え、はつきりした味の変化をなくするのが極めて望ましい。例えば、重量で60ppb程度の低含量のアセトアルデヒドが存在しただけで、炭酸入りコーラ飲料の味が変わってしまう。他の食品の場合にもそれぞれアセト

特開昭58-157853(6)

アルデヒドによる味の限界値があり、アセトアルデヒドの最低値を規定しないとアセトアルデヒドがこの限界値を越してしまうことがある。容器を食品又は飲料などの液体の収容目的に用いる場合は、吹込成形したての空のびんの壁面（例えば2リットルビン）から出るアセトアルデヒドの量は、リットル当り3マイクログラムより少ないことが望ましい。この試験を行なうには、容器を21℃で24時間保ち、次いでこの内部のガス量からアセトアルデヒド重量を求める。アセトアルデヒドの含量が、容器製造後24時間以内に容器の容量1リットル当り3マイクログラムより少ない場合には、その後のアセトアルデヒドの発生量は少なく、飲料、食品などを長期貯蔵してもそれらの味の変化を見分け得ないことが、一般に判明した。

コバルト化合物が容器中のアセトアルデヒド量を増加させることが判明しているので、成る量のホスフエート化合物（燐酸を含む）を用いてコバルト化合物の触媒作用を抑制する。一般に、1重量部の元素コバルトに対し、ほぼ0.35重量部の

燐元素を必要とする。好ましくは、これより少し過剰の燐化合物を用い、コバルト化合物によるアセトアルデヒド生成の触媒的作用を確実に抑える。従つて、本発明によれば、約0.35～約2.5重量部、望ましくは約0.4～約1.3重量部、好ましくは約0.4～約0.6重量部の燐元素を、1重量部の元素コバルトに対し使用する。これより多い量を用いた場合には、余分のホスフエートが存在し、普通そのホスフエートがアンチモンと反応して燐酸アンチモン型の化合物を作り、この化合物が溶解度の限度以上に存在すると、粒子となり、及び／又はポリエステル生成時の結晶の核となる。これが起ると、ポリエステル製品は曇る。

上述のように、アンチモン、燐、香味剤を用いて製造した特定の高透明度ポリエステルは、低い黄り度、中性の色相、高透明度を有するポリエステル又はそれより製造した物品と関連している。香味剤を用いない場合は、生成するポリマーは普通中性の色相を所有せず、望ましくない黄色がかった色合を有している。

望ましくは、製造ポリエステルに対し重量で約70～約350ppmの元素アンチモンを用いる。70～250ppmが望ましく、約120～約210ppmが好ましい。用いるコバルトの量は約5～約60ppmであり、望ましくは約5～約30ppmであり、好ましくは約8～約20ppmである。ポリエステルポリマー1,000,000重量部に対する燐元素で表わした燐化合物の重量部は、約5～約60部、望ましくは約10～約50部、好ましくは約8～約20部である。代表的なコバルト着色剤には、四水化酢酸コバルト、アルミン酸コバルト、安息香酸コバルト、塩化コバルトなどがあり、酢酸コバルトが好ましい。代表的ホスフエート化合物の例としては、5価のホスフエート（例えば燐酸）、トリアルキルホスフエート（例えば、トリメチルホスフエート、トリエチルホスフエート、トリペンチルホスフエート）などがある。トリアリールホスフエート（例えば、トリフェニルホスフエート、トリアリールホスフエート）なども用い得る。更に、モノ及びジアルキル／アリールホ

メフエートも使用し得る。硝酸及びトリアルキルホスフェートが好ましい。

望ましくは、ホスフェート及びコバルト化合物は、アンチモンに先んじて添加する。好ましくは、エステル化段階の初期に添加する。しかし、縮合段階の初期に加えることもできる。ポリエステル樹脂の製造は、ジカルボン酸を用いる如何なる従来法においても行ない得る。即ち、当業者に周知の従来温度、圧力、反応時間などが適用される。

上述の、少量のカーボン・ブラックを含有するポリエステルは、発熱源及び赤外線源からの光に対する再加熱又は昇温時間を短縮したいと希望する如何なる場合にも使用することができ、このポリエステルを使用する具体的分野としては、予備成形品がある。予備成形品は加熱して最終製品にされる。例えば、パリソンに用いる場合は、吹込成形してびんく（例えば飲料用びんなど）を作る。また、予備成形した盆、コップなどに用いられ、これら予備成形品は加熱して最終製品とされる。更に、また、ポリエステル糸として用いられ、

Corp. 製のポリビニルピロリドン NP-K 90) を加えたものを用いた。この混合物をワーリング混合機中に入れ、平均粒径 25 nm のチャネルブラック (デグサスベンチナルブラック #4) を全溶液重量の 7.5 重量% ゆつくり加え、均一な分散液とした。このカーボン・ブラック分散液を次いで 24 時間ボールミルで混合した。

カーボン・ブラック含有の高透明度ポリエステルの製造は、常法例えばライオンハルトの米国特許第 4,020,049 号に記載の方法により行なつた。即ち、テレフタル酸、エチレングリコール、並びにカーボン・ブラック・硝酸・エチレングリコール混合物をエステル化段階の初期に添加し、エステル化を約 225 ~ 280 °C で行なつた。充分な反応時間の後、反応溶液を別の容器に移し、コバルト化合物、アンチモン化合物、補充のエチレングリコールを添加した。重合反応を高真空下に略約 260 ~ 280 °C の温度で行ない、ついで 3 段階目の容器に移し、約 270 ~ 285 °C で反応を続け、大略 0.57 dL/g の固有粘度とした。この

特開昭58-157853(7)

の糸糸はそのまわりに赤外線冷却カバーを有する複数の紡糸口から紡糸される。更に、本発明は、透明膜などを必要とする場合の極めて透明清澄な、かつ曇り度の低い粉末塗料に使用できる。

以下の実施例により、本発明は更に充分に理解される。

実施例

高透明度のポリ(エチレン・テレフタレート)樹脂を微粉砕カーボンブラックの添加により改質し、最終加工時の昇温速度を改善した。即ち、再加熱-吹込(RHB)法における石英赤外線加熱を行つた場合の予備成形びんの熱収収を増加させた。

高透明度のポリ(エチレン・テレフタレート)を、表 I に示した量の銅、コバルト、アンチモンを用い、常法で製造した。また、燐化合物と一緒に、カーボン・ブラックを 2.5 ppm、グリコール分散液として添加した。即ち、カーボン・ブラックの添加には、27.1 重量%の硝酸(H_2PO_4)を含むエチレングリコール溶液に 0.75 重量%の顔料分散剤(例えば、General Aniline and Film

ポリエステルをついで従来法によりパリソンなどの予備成形品とした。このパリソンを石英赤外線加熱炉に入れ 80 秒加熱した。同様な方法で、カーボンブラック量の色々異なる配合品、並びにカーボン・ブラックを全然含有しない高透明度対照品を作つた。昇温した温度を表 II に示す。又、対照品として従来法のポリエステルも用いたが、このものは高透明度ポリエステルと考えられるものではなかつた。このポリエステルはグッドイヤー社製造の Clearcor 7202 であり、普通びん製造に用いるポリエステルであつた。

表 II より明らかなように、従来法の、高透明度でないポリエステルは、80 秒の昇温の間に約 99.2 °C になつた。一方、高透明度のパリソンは 93.9 °C に達しただけであつた。しかし、表から明らかなように、カーボン・ブラックを少量添加したものは、従来法の、高透明度でない、普通のパリソンの温度、或いはそれ以上に達した。このように、同じ時間内で昇温温度が上昇した。換言すれば、昇温速度が改善された。

特開昭58-157853(8)

本発明によると、顔料分散剤は必ずしも必要ではないが使用するのが望ましい。一般に、如何なる顔料分散剤を如何なる従来量例えば0.01～約5重量%でも用いることもできる。この範囲なら、ポリエステルに望ましくない色や色相が加わることはない。

上述と同様な方法で、表Ⅲに示す量のアンチモン、コバルト、銩、カーボン・ブラック各化合物を用い、ポリエステルを作つた。ついで、これらポリエステルをハンター試験機にかけ、夫々の色度並びに“a”、“b”各 coordinate value を測定した。

表Ⅲから明らかなように、相当量即ち重量で5ppmのカーボン・ブラックを含有する高透明度ポリエステルは、色度が低く、色相値も非常に低かつた。そのため、目視だけでなく数値でびんを測定した所、透明度は高く、色度は低く、色相は中性であつた。明瞭な着色性を有するカーボン・ブラックを使用したことを考えると、これは予想外であつた。

表 Ⅲ

原 料	パーセント	段階	ポンド	グラム	活性元素	ppm	添加時期
テレフタル酸	100	1	129.7	—	—	—	初期
エチレングリコール(EG)	100	1	54.2	—	—	—	初期
H ₃ PO ₄ /カーボン・ブラック: EG ^(a)	—	1	—	306.2	カーボン・ブラック	45	初期
Co(C ₂ H ₃ O ₂) ₂ · 4H ₂ O : EG ^(b)	—	2	—	289.5	Co	20	真空サイクルの始め
Sb ₂ O ₃ : EG ^(c)	—	2	—	1156	Sb	190	真空サイクルの始め
エチレングリコール補充	—	2	12.9	—	—	—	

(a) H₃PO₄ : EG 溶液に懸濁したカーボン・ブラック

(b) EGと加した Co(C₂H₃O₂)₂ · 4H₂OとしてのCo

(c) EGと反応させてアンチモングリコレートとしたSb₂O₃

特開昭58-157853(9)

表 Ⅱ

	カーボン・ブラック ppm	80秒で昇温した後の温度
対照品(高透明度を有さないもの)	なし	98.9 ~ 99.4 ℃
・ (高透明度品)	なし	93.9 ℃
A	0.5	94.4 ℃
B	1.0	97.2 ℃
C	2.0	98.9 ℃
D	2.5	101.7 ℃

表 Ⅲ

	ppm				ヘンター		
	Si	Co	P	カーボン・ブラック	"a"	"b"	曇り度
1	250	20	40	5	-0.2	1.7	3.0
2	190	20	40	5	-0.2	1.3	2.4

本発明の最良の形態並びに好ましい実施態様を説明したが、本発明はこれらに限定されず、本発明の範囲は前記の特許請求の範囲により定められるものである。

特許出願人

ザ グッドイヤー タイヤ アンド ラバー コンパニー

代理人

若 林

忠

